

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

### **① BLACK BORDERS**

- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

# DIRECCION GENERAL DE DESARROLLO TECNOLOGICO



TITULO DE PATENTE DE INVENCION NUMERO 8597

TITULAR(ES): CAYO BARTOLOME RODRIGUEZ y CAYO BUILLERMO BARTOLOME MORAY.

DOMICILIO(S): SUR 75-A BO. 606, COL. SINATEL DELEG. IZTAPALAPA-09470-MEXICO, D.F.

DENOMINACION DEL INVENTO: PROCEDIMIENTO Y SISTEMA PARA LA EXTRACCION DE MATERIALES LIGNO-CELULOSICOS DE VEGETALES CELULOSICOS.

CLASE INT: D218-001/016, D218-001/012

INVENTOR(ES): CAYO BARTOLOME RODRIGUEZ y CAYO BUILLERMO BARTOLOME MORAY.

## SOLICITUD

NUMERO: 188384 FECHA DE PRESENTACION: 21 DE JULIO DE 1981 HORA: 10:50

DIVISIONAL DEL EXPEDIENTE NUMERO DE

## PRIORIDAD

PAIS FECHA NUMERO

EN NOMBRE DEL C. PRESIDENTE DE LOS ESTADOS UNIDOS MEXICANOS, ESTA PATENTE CONCEDE A SU TITULAR EL PRIVILEGIO EXCLUSIVO DE EXPLOTACION DEL INVENTO RECLAMADO EN EL CAPITULO REIVINDICATORIO Y TIENE UNA VIGENCIA DE VEINTE AÑOS CONTADOS A PARTIR DE LA FECHA DE PRESENTACION DE LA SOLICITUD.

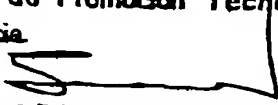
FECHA DE EXPEDICION  
2 DE OCTUBRE DE 1982

POR ACUERDO DEL SECRETARIO DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL  
EL DIRECTOR GENERAL DE DESARROLLO TECNOLOGICO

FIRMA POR AUSENCIA AL REVERSO  
DR. ROBERTO VILLARREAL GONDA.

MUNIFA.

señala el C. Director General de Desarrollo Tecnológico  
mento en el Artículo 82 del Reglamento Interior de la  
a Comercio y Fomento Industrial, publicado en el Diario  
a Federación el día 16 de Marzo de 1989, firma el  
C. Director de Promoción Tecnológica e Inveniones  
a Dependencia.



LC. JUAN ANTONIO TOLEDO BARRAZA

" PROCEDIMIENTO Y SISTEMA PARA LA EXTRACCION DE  
MATERIALES LIGNO-CELULOSICOS DE VEGETALES CE-  
LULOSICOS"

PROPIETARIOS : CAYO BARTOLOME RODRIGUEZ  
CAYO GUILLERMO BARTOLOME MORAY

NACIONALIDAD : MEXICANOS.

DOMICILIO : SUR 75-A # 406, COL. SINATEL  
DELEGACION IZTAPALAPA  
C.P. 09470 MEXICO, D. F.

## E X T R A C T O

EL OBJETO DE ESTA INVENCION ES PROPORCIONAR A LA INDUSTRIA NACIONAL Y MUNDIAL UN PROCEDIMIENTO Y EL SISTEMA DE APARATOS NECESARIOS PARA LA EXTRACCION DE LIGNINA Y DEMAS COMPONENTES DEL VEGETAL, EN CANTIDADES INDUSTRIALES Y A COSTOS MINIMOS.

## D E S C R I P C I O N

COMO OBJETIVO PRINCIPAL DE ESTA INVENCION, ES LA OBTENCION DE LIGNINAS DE CUALQUIER VEGETAL CELULOSICO, DEBIDO A QUE LA ESTRUCTURA QUIMICA DE POLIMERO DE LA LIGNINA PRESENTA LA POSIBILIDAD TEORICA Y COMPROBADA EN LABORATORIO DE SU UTILIZACION COMO MATERIA PRIMA PARA LOS PLASTICOS, PARA LA PETROQUIMICA EN GENERAL Y EN ESPECIAL COMO ENERGETICO SOMETIENDO A UN PROCESO DE HIDROLISIS SEMEJANTE AL RAQUIN DEL PETROLEO MEDIANTE EL CUAL SE OBTIENEN LOS HIDROCARBUROS CUYO PROBLEMA ACTUAL ES FACTIBLE RESOLVER POR SER LA LIGNINA UN PRODUCTO RENOVABLE, CAPAZ DE DAR HIDROCARBUROS. TAMBIEN ESTA INVENCION TIENE POR OBJETO PROPORCIONAR LA MISMA LIGNINA; A) LA INDUSTRIA DE LA CONSTRUCCION COMO UN ACELERADOR EN EL CEMENTO HIDRAULICO, COMO ADITIVO EN LOS CONCRETOS ASFALTICOS, INDUSTRIAS DEL CEMENTO, ETC. B) PROPORCIONAR A LA INDUSTRIA PETROLERA UN COLOIDE PROTECTOR PARA LOS FLUIDOS DE PERFORACION, C) EVITAR LA INCRUSTACION DE LAS TORRES DE ENFRIAMIENTO Y CALDERAS, CAMBIADORES DE CALOR Y OTRA INFINIDAD DE APLICACIONES INDUSTRIALES.

COMO SEGUNDO OBJETIVO GENERAL Y COMO SUBPRODUCTO DE LA EXTRACCIÓN DE LA LIGNINA SE EXTRAE LA PULPA QUÍMICA, MATERIA PRIMA PARA LA INDUSTRIA PAPELERA, SIENDO ESTA PULPA QUÍMICA DE LA MÁS ALTA CALIDAD, Y OTROS PRODUCTOS QUÍMICOS EN MENOR CANTIDAD, PERO DE IMPORTANCIA INDUSTRIAL COMO EL FURFURAL, - ÁCIDO OXÁLICO, PROTEÍNAS, ETC.

EL PROCEDIMIENTO Y SISTEMA ES APLICABLE EN CUALQUIER - CLASE O ESPECIE DE VEGETAL CELULÓSICO, YA SEAN MADERAS DURAS, BLANDAS, ARBUSTOS, PAJAS, FIBRAS, ETC. Y CUALQUIERA QUE SUS CONDICIONES FÍSICAS EN ASTILLAS, PAJAS O FIBRAS.

EN LA ACTUALIDAD LOS DIVERSOS PROCESOS ENSAYADOS PARA LA OBTENCIÓN DE PULPA QUÍMICA, POR MEDIO DEL ÁCIDO NÍTRICO, SE HAN CARACTERIZADO EN PRODUCIR UNA BUENA CALIDAD DE PULPA QUÍMICA Y SEPARAR LOS COMPONENTES INDIVIDUALES DE LOS VEGETALES CELULÓSICOS PERO TODOS ELLOS HAN RESULTADO COMERCIALMENTE INCOSTEABLES Y POR ELLO NO HAN SIDO APLICADOS INDUSTRIALMENTE.

HA SIDO PRECISO MUCHOS Y COSTOSOS ENSAYOS DE SISTEMA - DE FABRICACIÓN, PARA ENCONTRAR LOS PUNTOS CRÍTICOS QUE PERMITAN REALIZAR UNA PRODUCCIÓN DE PULPA QUÍMICA Y RECUPERACIÓN DE LIGNINA, EN CONDICIONES ECONÓMICAS PARA DARLE VALOR COMERCIAL, Y LLEGAR AL PROCEDIMIENTO Y SISTEMA, OBJETO DE ESTA - PATENTE.

DENTRO DE LOS ENSAYOS FRACASADOS DEL EMPLEO DEL ÁCIDO -  
NÍTRICO ESTÁN :

- A) UN PROCEDIMIENTO CONSISTE EN SUMERGIR EN SOLUCIONES NÍTRICAS LA MATERIA CELULÓSICA, QUE AL CALENTAR LA SOLUCIÓN SE PRODUCE UNA REACCIÓN EXOTÉRMICA, CONTROLADA POR UN CATALIZADOR NEGATIVO, REALIZÁNDOSE LA OXIDACIÓN DE LA MATERIA AGLOMERANTE DEL VEGETAL QUE SE TRATE. LAS SOLUCIONES SOBRANTES, EN FUERTE CANTIDAD NO SON RECUPERABLES, POR LO QUE A PARTIR DE ESTE PUNTO CRÍTICO, EL PROCEDIMIENTO ES INCOSTEABLE.
- B) SE HAN EMPLEADO SISTEMAS DE DESGASIFICACIÓN DEL VEGETAL CELULÓSICO, CON INMERSIÓN EN SOLUCIONES NÍTRICAS, QUE SIMPLEMENTE ESCURRIDAS PASAN A UNA CÁMARA CALIENTE PARA PROVOCAR LA REACCIÓN EXOTÉRMICA COMO EN EL CASO ANTERIOR, PERO TAMBIÉN EL EXCESO DE SOLUCIONES NÍTRICAS USADAS, NO RECUPERABLES DESPUÉS, HACEN INCOSTEABLE ESTE PUNTO CRÍTICO DE FABRICACIÓN.
- C) TAMBIÉN SE HAN EMPLEADO A PUNTO DE GOLPE DE MARTILLOS Y DESGASIFICACIÓN, PRETENDIENDO INYECTAR LA CANTIDAD MÍNIMA DE SOLUCIONES NÍTRICAS, PARA LA FASE DE OXIDACIÓN PERO LA IMPREGNACIÓN RESULTÓ IMPERFECTA Y EL RECHAZO TAN IMPORTANTE QUE TAMBIÉN RESULTÓ INCOSTEABLE ESTE PUNTO CRÍTICO.

D) EN LOS PROCESOS AL ÁCIDO NÍTRICO, SIGUE DESPUÉS DEL TRATAMIENTO ÁCIDO, UN TRATAMIENTO ALCALINO, NECESARIO PARA TRANSFORMAR EN SALES DE SODIO LOS COMPONENTES OXIDADOS DEL VEGETAL A FIN DE SEPARARLOS. Y OTRA PARTE DEL CONSUMO DE SOSA CÁUSTICA, SE UTILIZA PARA NEUTRALIZAR EL ÁCIDO QUE QUEDA EN EL VEGETAL.

EL OBJETO DE INVENCION ES UN PROCEDIMIENTO Y SISTEMA DE EXTRACCION DE LIGNINAS Y PULPAS QUÍMICAS OBTENIDAS EN LOS VEGETALES CELULÓSICOS, RECUPERANDO SOLUCIONES ÁCIDAS, ALCALINAS, -- GASES Y SUBPRODUCTOS.

POR LAS RAZONES CONTENIDAS DEL OBJETO DE LA PRESENTE INVENCION ES: A) DISMINUIR EL COSTO DEL PROCESO, B) EVITAR EL EXCESO DE ÁCIDO, C) REDUCCION DE ALCALINO EMPLEADO, D) EVITAR LA ELEVACION DE LA TEMPERATURA Y TRABAJAR A PRESION ATMOSFERICA, EVITANDO EL DAÑO Y DETERIORO DE LOS PRODUCTOS OBTENIDOS QUE PRODUCIRIAN MERMAS EN CALIDAD Y CANTIDAD.

ESTE SISTEMA DE FABRICACION SE HACE POR MEDIO DE LOS -- PRODUCTOS QUÍMICOS Y EQUIPOS MECÁNICOS APROPIADOS QUE COORDINADOS ENTRE SÍ SON :

1.- PREPARADO EL VEGETAL EN LAS DIMENSIONES CONVENIENTES SE HACE LA IMPREGNACION POR LOS MEDIOS CONOCIDOS SEA POR MACERACION, GOLPETEO, VACIO, PRESION, ETC. CON UNA SOLUCION NITRICA ( $\text{NH}_4\text{OH}-\text{NH}_3-\text{H}_2\text{O}$ ) EN UNA CANTIDAD ESTEQUIOMETRICAMENTE --



CALCULADA PARA EVITAR EXCESOS QUE OBLIGARÍAN EL EMPLEO DE MATERIALES CAÚSTICOS PARA SU NEUTRALIZACIÓN.

2.- DESPUÉS DE IMPREGNADO DEBIDAMENTE EL VEGETAL CON LA HUMEDAD CONVENIENTE, PASA A UN REACTOR APROPIADO PARA LA INICIACIÓN DE LA REACCIÓN, DISPONE DE UN CAMBIADOR DE CALOR, PARA FACILITAR EL CALOR NECESARIO, A LA REACCIÓN EXOTÉRMICA ( $60^{\circ}\text{C}$ ) QUE DURA DE 10' A 80' SEGÚN LAS CARACTERÍSTICAS DEL VEGETAL USADO, EXTRAYENDO LOS GASES, POR MEDIO DE UN EXTRACTOR QUE LOS ENVÍA A LAS TORRES DE ABSORCIÓN Y TAMBIÉN EXTRAE POR OTRO EXTREMO AL MATERIAL QUE YA HA SUFRIDO LA OXIDACIÓN EL PROCESO ADECUADO.

3.- EN ESTAS CONDICIONES DE REACCIÓN, LA MATERIA ESTÁ PREPARADA PARA UN TRATAMIENTO ALCALINO PARA PRODUCIR LA SEPARACIÓN DE LOS COMPONENTES INDIVIDUALES DEL VEGETAL PROCESADO.

4.- LAS AGUAS ALCALINAS SE RECICLAN HASTA SATURARSE DE LIGNINAS, TANTO POR EL APROVECHAMIENTO DE LA SOLUCIÓN ALCALINA COMO PARA LA CONCENTRACIÓN DE LIGNINAS, PERMITIENDO ASÍ SU RECUPERACIÓN ECONÓMICA SIN NECESIDAD DE SOMETERLAS A CONCENTRACIÓN POR EVAPORACIÓN.

5.- CONCENTRADAS LAS LIGNINAS EN LAS AGUAS ALCALINAS, SON PRECIPITADAS POR MEDIO DEL ÁCIDO QUE SE DESEE (SEGÚN EL USO POSTERIOR A QUE SE DESTINE), PERMITIENDO QUE EL VOLUMEN DE --

AGUAS RESIDUALES SEA PEQUEÑO, LO QUE DÁ OPORTUNIDAD DE EXTRAER DE MANERA ECONÓMICA LOS MATERIALES DISUELTOS Y EVITAR LA EMISIÓN DE PRODUCTOS CONTAMINANTES.

6.- SE PRENSAN TAMBIÉN LAS MATERIAS SÓLIDAS CON EL FIN DE RECUPERAR LA MAYOR CANTIDAD POSIBLE DE LIGNINAS, Y ADEMÁS REDUCIR EL CONSUMO DE AGUA EN EL LAVADO POSTERIOR DE LA PULPA QUÍMICA, A PARTIR DE ESTE LAVADO SE HA SEPARADO LA CELULOSA - DE LOS OTROS COMPONENTES INDIVIDUALES DEL VEGETAL, QUEDANDO - LISTA PARA EL TRATAMIENTO POSTERIOR CONOCIDO DE LA PULPA QUÍMICA.

7.- UNA VEZ PRECIPITADA LA LIGNINA SE RECUPERA PARA SU UTILIZACIÓN COMERCIAL, DADO EL IMPORTANTE VOLUMEN QUE CONTIENEN LOS VEGETALES CELULÓSICOS.

ESTA RECUPERACIÓN TIENE QUE SER MUY CUIDADOSA, PARA QUE SU CADENA QUÍMICA QUEDE EN ESTADO PRACTICAMENTE NATIVO, PUES DE OTRO MODO SE ROMPE SU CADENA QUÍMICA, QUEDANDO UNA MATERIA DEGRADADA EN CONDICIONES PARA USARLA COMO COMBUSTIBLE TAL COMO HACEN ALGUNAS FÁBRICAS DE CELULOSA, PARA QUE QUEDE EN BUEN ESTADO, DEBE SER PRECIPITADA EN FRÍO Y PARA SECARLA TIENEN - QUE USARSE BIEN MEDIOS FÍSICOS Ó BIEN EN EL CASO DE CALOR, - HAY QUE USAR TEMPERATURAS INFERIORES A 45°C.

LA UTILIZACIÓN INTEGRAL DE LOS MATERIALES EXTRAÍDOS: --  
LIGNINA, PULPA QUÍMICA, ETC., PERMITEN UNA GRAN ECONOMÍA A -  
NUESTRO SISTEMA DE FABRICACIÓN.

EL CONJUNTO DE OPERACIONES EXPRESADAS EN ESTE PROCEDI-  
MIENTO Y SISTEMA DE FABRICACIÓN, QUE COORDINADAS ÍNTIMAMENTE  
SE APLICAN: A LA REACCIÓN ÁCIDA, TRATAMIENTO ALCALINO Y RE-  
CUPERACIÓN DE LOS COMPONENTES DE LOS VEGETALES CELULÓSICOS  
DE TODA CLASE DE ESPECIES, NO DEJA RESÍDUOS POR TANTO LA TÉC-  
NICA POR REACCIÓN NO ES CONTAMINANTE.

DESCRIPCIÓN DE LAS PARTES Y APARATOS DE LA  
FIGURA 1

COMO EJEMPLO NO LIMITATIVO, EL CROQUIS ANEXO, EXPRESA -  
LA REALIZACIÓN DEL OBJETO DE LA INVENCIÓN, ESTO ES LA DISPO-  
SICIÓN DE EQUIPOS QUE PERMITEN LA REALIZACIÓN PRÁCTICA DEL  
SISTEMA DE FABRICACIÓN BIEN EN FORMA CONTINUA O DISCONTINUA,  
Y QUE DE ACUERDO AL TIPO DE VEGETAL, VARIAN LOS TIEMPOS, CON-  
CENTRACIONES Y TEMPERATURAS.

EL SISTEMA ESTA CONSTITUIDO POR UNA TOLVA -A- QUE ALI-  
MENTA DE VEGETAL LA CÁMARA DE IMPREGNACIÓN -B-, POR GRAVEDAD  
LAS SOLUCIONES SOBRANTES PASAN AL FILTRO -C-, ASÍ COMO LAS -  
SOLUCIONES EXTRAÍDAS POR LA PRENSA SINFIN -D- QUE SE REUNEN  
EN EL TANQUE -E- DE DONDE POR MEDIO DE LA BOMBA -F- VUELVEN

AL CIRCUITO ALIMENTADOR DE IMPREGNACIÓN, CON LO QUE SE LOGRA QUE TRABAJEN LAS SOLUCIONES NÍTRICAS EN CIRCUITO CERRADO.

DE LA PRENSA -D- EL VEGETAL IMPREGNADO A LA HUMEDAD DESEADA PASA A UN TANQUE REGULADOR DE FLUJOS -G- Y DE ESTE A LA TOLVA -H- QUE ALIMENTA AL DOSIFICADOR -J- QUE ALIMENTA AL REACTOR -K- PROVISTO DEL CAMBIADOR DE CALOR -L-, POR MEDIO DEL EXTRACTOR -M- LOS GASES SON ENVIADOS A LA TORRE DE ABSORCIÓN -N- POR EL EXTRACTOR -O- SALE EL VEGETAL OXIDADO, QUE ALIMENTA AL DIGESTOR ALCALINO -S- DE DONDE TERMINADO EL TRATAMIENTO LA MATERIA SÓLIDA PASA A LA PRENSA -U- DE LA CUAL EN EL LAVADOR FILTRO OLIVER -V- NOS DA LA PULPA QUÍMICA.

LAS AGUAS ALCALINAS DEL DIGESTOR -S- Y DE LA PRENSA -U- SE REUNEN EN EL TANQUE -T- QUE SE RECICLAN POR MEDIO DE LA BOMBA -X- QUE DESPUÉS DE LOS RECICLADOS CONVENIENTES PASAN DEL DIGESTOR -S- AL TANQUE -Y- PARA RECUPERAR LAS LIGNINAS, Y LOS PRODUCTOS QUE LE CORRESPONDEN.

ESTE PROCEDIMIENTO ES APLICABLE A CUALQUIER VEGETAL CELULÓSICO, EN OPOSICIÓN DE TODOS LOS OTROS MÉTODOS LOS CUALES SON INOPERANTES, CON LAS MADERAS TROPICALES DURAS.

ESTE SISTEMA DE FABRICACIÓN TIENE VARIADAS VENTAJAS COMO SE HAN INDICADO EN EL ANÁLISIS COMPARATIVO DE OTROS MÉTODOS, SIENDO LAS FUNDAMENTALES QUE ESTUDIADOS LOS PUNTOS CRÍTICOS DE FABRICACIÓN, SE HAN RESUELTO, HACIENDO RENTABLE LA FABRICACIÓN DE PULPA QUÍMICA Y LIGNINAS POR REACCIÓN.

### NOVEDAD DE LA INVENCION

DESCRITA SUFICIENTEMENTE NUESTRA INVENCION, CONSIDERAMOS UNA NOVEDAD Y RECLAMAMOS POR LO TANTO DE NUESTRA PROPIEDAD EXCLUSIVA EL CONTENIDO DE LAS CLÁUSULAS SIGUIENTES :

1.- PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCIÓN DE MATERIALES LIGNO-CELULÓSICOS DE VEGETALES CELULÓSICOS, PRESENTANDO CONJUNTA O SEPARADAMENTE LAS CARACTERÍSTICAS SIGUIENTES :

- A).- IMPREGNACIÓN DE LOS VEGETALES EN UNA SOLUCIÓN NÍTRICA A UN PH ENTRE 3 Y 5 Y TEMPERATURA ENTRE 25 Y 35°C, QUE DEBE HACERSE HASTA LA SATURACIÓN POR OSMOSIS, PRESIÓN VACÍO Y GOLPETEO CON SOLUCIONES NÍTRICAS.
- B).- PRENSADO CONTROLADO DE LA CANTIDAD DE SOLUCIÓN QUE NECESITA EL VEGETAL IMPREGNADO RETORNANDO LAS SOLUCIONES SOBRANTES AL CIRCUITO DE IMPREGNACIÓN.
- C).- EL VEGETAL CON LA HUMEDAD REQUERIDA PASA AL REACTOR DOTADO DE UN DOSIFICADOR DE MATERIA Y UN EXTRACTOR DE SALIDA SINCRONIZADOS ENTRE SÍ, PARA CONTROLAR EL TIEMPO DE REACCIÓN, QUE DEBE SER ENTRE 10 Y 80 MINUTOS, EL CUAL CON SU DISPOSITIVO DE CAMBIADOR DE CALOR, PERMITE ALCANZAR TEMPERATURAS ENTRE 60 Y 80°C, PARA LA REACCIÓN EXOTÉRMICA,

SIEMPRE A PRESIÓN ATMOSFÉRICA, CON EXTRACTOR DE GASES, LOS CUALES VAN A LA TORRE DE ABSORCIÓN -- PERMITIENDO RECUPERAR NUEVAS SOLUCIONES NÍTRICAS.

ESTAS OPERACIONES A), B) Y C) HACEN CIRCULAR LAS SOLUCIONES ÁCIDAS EN CIRCUITO CERRADO, POR TANTO NO HAY SOBRANTES NI CONTAMINACIÓN, Y ESTA MATERIA OXIDADA PASA A LOS TANQUES DE TRATAMIENTO ALCALINO CON UN PH ENTRE 7 Y 9.

- D).- RECICLADO DE LAS SOLUCIONES ALCALINAS (EN LAS CUALES SE HAN SUMERGIDO EL VEGETAL OXIDADO EL TIEMPO NECESARIO CON EL FIN DE MEJORAR APROVECHAMIENTO DE LAS SOLUCIONES ALCALINAS, ASÍ COMO, CONCENTRAR LAS TODO LO POSIBLE DE LIGNINAS, PRENSANDO A LA SALIDA LA MASA SÓLIDA, PARA RECUPERAR MÁS SOLUCIÓN ALCALINA, CON LOS PRODUCTOS QUE LE CORRESPONDEN.
- E).- LAVADO DE LA MASA SÓLIDA DEL VEGETAL TRATADO, QUE DANDO LA PULPA PREPARADA PARA EL USO QUE SE LE -- DESTINE.
- F).- OBTENCIÓN POR PRECIPITACIÓN DE LAS LIGNINAS, MEDIANTE EL ÁCIDO CONVENIENTE AL USO QUE POSTERIORMENTE SE DESTINE, ENTRE UN PH DE 3 Y 5, QUEDANDO UNA CANTIDAD MODERADA DE AGUAS QUE TRATADAS, HACEN QUE ESTE SISTEMA NO SEA CONTAMINANTE.

G).- PREPARACIÓN DE LAS LIGNINAS COMERCIALES SECÁNCOLAS BIEN EN FRÍO POR MEDIOS MECÁNICOS, O EN EL CASO -- DE USAR CALOR, A TEMPERATURAS INFERIORES DE 45°C PARA MANTENER SU CADENA QUÍMICA, CONSERVANDO ASÍ SUS CARACTERÍSTICAS DE LIGNINA NATIVA.

2.- EL SISTEMA PARA EXTRACCIÓN DE MATERIALES LIGNO - CELULÓSICOS DE VEGETALES CELULÓSICOS, COMO NUEVA FORMA DE FABRICACIÓN PARA PRODUCCIÓN DE LIGNINA, PULPA QUÍMICA Y LOS PRODUCTOS QUE LES CORRESPONDEN A LOS VEGETALES CELULÓSICOS, PU-- DIENDO TRABAJAR EN FORMA CONTÍNUA O INTERMINENTE, DE ACUERDO A LO SIGUIENTE:

EL SISTEMA ESTA CONSTITUÍDO POR UNA TOLVA QUE - ALIMENTA DE VEGETAL LA CÁMARA DE IMPREGNACIÓN POR GRAVE-- DAD, LAS SOLUCIONES SOBRANTES PASAN AL FILTRO, ASÍ COMO-- LAS SOLUCIONES EXTRAÍDAS POR LA PRENSA SINFIN QUE SE REU-- NEN EN EL TANQUE DE DONDE POR MEDIO DE LA BOMBA VUELVEN AL CIRCUITO ALIMENTADOR DE IMPREGNACIÓN, CON LO QUE SE - LOGRA QUE TRABAJEN LAS SOLUCIONES NÍTRICAS EN CIRCUITO - CERRADO.

DE LA PRENSA, EL VEGETAL IMPREGNADO A LA HUMEDAD - DESEADA PASA A UN TANQUE REGULADOR DE FLUJOS Y DE ESTE A LA TOLVA QUE ALIMENTA AL DOSIFICADOR, QUE ALIMENTA AL REAC-- TOR, PROVISTO DEL CAMBIADOR DE CALOR, POR MEDIO DEL EXTRAC--

TOR LOS GASES SON ENVIADOS A LAS TORRES DE ABSORCIÓN, POR EL EXTRACTOR SALE EL VEGETAL OXIDADO, QUE ALIMENTA AL DIGESTOR ALCALINO DE DONDE TERMINADO EL TRATAMIENTO LA MATERIA SÓLIDA PASA A LA PRENSA, DE LA CUAL EN EL LAVADOR - FILTRO OLIVER NOS DA LA PULPA QUÍMICA.

LAS AGUAS ALCALINAS DEL DIGESTOR Y DE LA PRENSA - SE REUNEN EN EL TANQUE QUE SE RECICLAN POR MEDIO DE LA - BOMBA QUE DESPUÉS DE LOS RECICLADOS CONVENIENTES PASAN - DEL DIGESTOR AL TANQUE Y PARA RECUPERAR LAS LIGNINAS, Y LOS PRODUCTOS QUE LE CORRESPONDEN.

EN TESTIMONIO DE LO CUAL FIRMO LA PRESENTE. CIUDAD DE MEXICO, D.F., A LOS 20 DIAS DEL MES DE AGOSTO DE 1981.



ING. CAYO GUILLERMO BARTOLOME MORAY



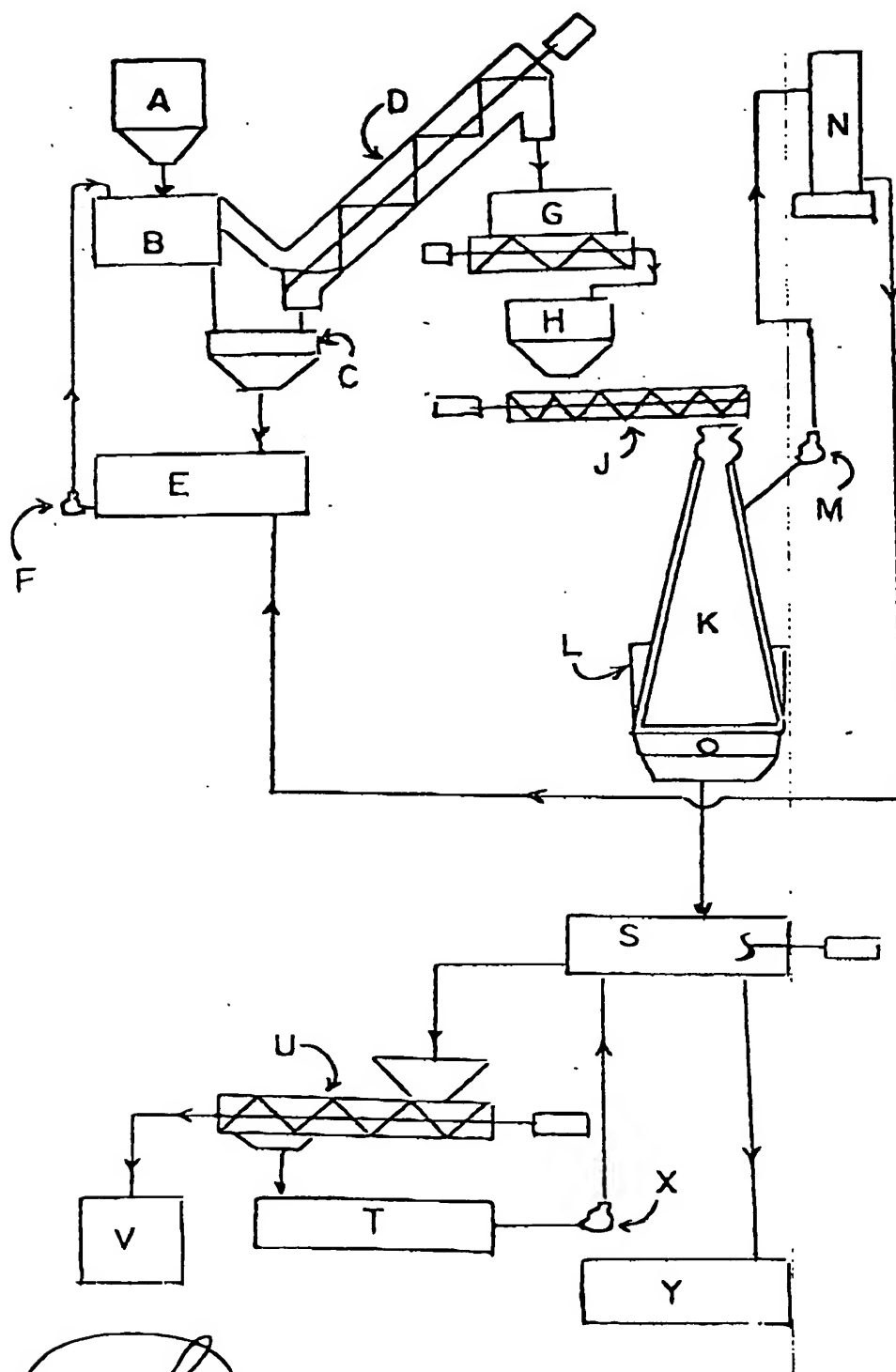


FIGURA 1

English Translation of the Specification and Drawing of Mexican Patent  
Document No. 165,091

"PROCEDURE AND SYSTEM FOR THE EXTRACTION OF LIGNO-  
CELLULOSE FROM VEGETAL MATERIALS"

OWNERS: CAYO BARTOLOME RODRIGUEZ  
CAYO GUILLERMO BARTOLOME MORAY

NATIONALITY: MEXICAN

ADDRESS: SUR 75-A # 406, COL. SINATEL  
DELEGACION IZTAPALAPA  
C.P. 09470 MEXICO D.F.

## SUMMARY

The purpose of this invention is to provide national and world industry a procedure and the necessary equipment to extract lignin and other components from vegetal, in industrial amounts at minimum costs.

## DESCRIPTION

The main purpose of this invention is to obtain lignin from any cellulose vegetal. The polymer chemical structure of lignin has the theoretical possibility, that has been proved in the lab, to be used as raw material for plastics, for petrochemical industry in general and specially as a fuel. This is done by submitting lignin to a hydrolysis process similar to petroleum cracking that provides hydrocarbons thus solving the present problem because lignin is a renewable product that can produce hydrocarbons.

This invention will also provide lignin to A) construction industry as a hydraulic cement accelerator, as an additive to asphalt, concrete, cement industry, etc. B) provide petroleum industry with a protective colloid for drilling fluids, C) avoid incrustation in cooling towers and furnaces, heating devices and many other industrial applications.

The second purpose and as a sub-product from lignin extraction chemical pulp is obtained as raw material for the paper industry; this chemical pulp is of the highest quality. Other chemical products will be obtained, in lesser amounts, but of industrial importance, such as furfural, oxalic acid, proteins, etc.

The procedure and system apply to any kind or species of cellulose vegetal: hardwood, softwood, bushes, straw, fibers, etc. and in any physical shapes in chips, straws, or fibers.

To this date several processes that have been tried to obtain chemical pulp through nitric acid, have proven to furnish a good amount of chemical pulp and to separate individual components of cellulose vegetal, however, all these processes have turned out to be very expensive and therefore have not been applied to the industry.

Many expensive trial runs of the production system were required to find the key items that allow the production of chemical pulp and lignin recovery, under economic conditions that give the system a commercial value; trial runs that led us to the procedure and system outlined in this patent.

Among the failed attempts to use nitric acid are:

- A) A procedure consisting of immersing in nitric solutions the cellulose raw material. When heating the solution an exothermic reaction, controlled by a negative catalyzer, is produced, oxidizing the agglutinate material of the vegetal. Surplus material is not recoverable to a large extent; therefore, from that critical point onward the procedure is very expensive.

- B) Cellulose vegetal de-aerating systems have been used, by immersing it in nitric solutions that dripped to a warm chamber to provoke the exothermic reaction as above. Once again, the surplus of unrecoverable nitric solutions makes this process very expensive.
- C) Hammer blows and de-aerating were used to inject a minimum amount of nitric solutions for oxidizing stage; however, impregnation was imperfect and reject was so important that this procedure is also very expensive.
- D) In nitric acid processes, an alkaline treatment follows the acid treatment. The alkaline treatment is necessary to transform vegetal oxidized components in sodium salts to break them. Another part of caustic consumption is used to neutralize the acid that stays in the vegetal.

The invention purpose is to obtain a procedure and system to extract lignin and chemical pulp from cellulose vegetal, recovering acid and alkaline solutions, gases and sub-products.

For the above mentioned, this invention purposes are: A) reduce process costs, B) avoid acid surplus, C) reduce alkaline used, D) avoid raising temperatures and work at atmosphere pressure avoiding damage to products obtained that would diminish both quality and quantity.

This fabrication system is made with the proper chemical products and mechanical equipment, which are:

- 1.- After preparing the vegetal in adequate amounts, impregnation is made using the known procedures, whether maceration, blowing, vacuum, pressure, etc with a nitric solution ( $\text{NHO}_3\text{-NH}_3\text{-H}_2\text{O}$ ) in an amount that has been calculated through stoichiometry to avoid surplus that would require the use of caustic raw materials for neutralization.
- 2.- After duly impregnating the vegetal with the proper dampness, it goes to the corresponding reactor to start the reaction. This reactor has a heat control to provide the proper temperature to exothermic reaction ( $60^\circ\text{C}$ ) lasting from 10' to 80' depending on the characteristics of the vegetal. Gases are extracted with an exhauster that sends such gases to absorption towers and through the other end extracts the material that has been oxidized by the process.
- 3.- Under these reaction conditions, the raw material is ready for an alkaline treatment to break individual vegetal components.
- 4.- Alkaline waters are recycled until impregnated with lignin; both to make better use of alkaline solution and to concentrate lignin, allowing an economic recovery with no need to subject them to concentration by evaporation.

- 5.- When lignin is concentrated in alkaline waters, it is precipitated with the required acid (depending on its final use). Volume of residual waters is small, providing the opportunity to extract dissolved materials in an economic way and avoid emissions of pollutants.
- 6.- Solid raw material are pressed to recover the largest possible amount of lignin; also, to reduce water consumption in washing the chemical pulp. After washing, cellulose is separated from other vegetal components, ready for treatment known as chemical pulp.
- 7.- Once the lignin is precipitated, it is recovered for commercial use, due to the significant volume contained in cellulose vegetal.

This has to be a very careful recovery, so that the chemical chain is kept practically in its native state, otherwise the chemical chain would break leaving a material degraded to be used as fuel as some cellulose factories do. To be kept in good shape, it must be cold precipitated and it has to be dried using physical means or, if heat is used, temperature must be under 45 °C.

Integral use of extracted materials, lignin, chemical pulp, etc. allows a great economy in our fabrication system.

The closely related group of operations stated in this procedure and fabrication apply to: acid reaction, alkaline treatment and recovery of cellulose vegetal components of all kinds of species. It does not leave residues; therefore, the technique by reaction is non-pollutant.

### DESCRIPTION OF DEVICES AND PARTS IN FIGURE 1

As an example, not limited to it, the enclosed sketch shows the invention, i.e. the layout of equipment that allow the fabrication system, either in a continuous or discontinuous way. Time, concentration and temperature vary depending on the vegetal type.

The system is made of a feeding box -A- that takes vegetal to impregnation chamber -B-, by gravity the surplus solutions go to filter -C-, together with solutions extracted by trailing press -D-, meeting at tank -E- from there through pump -F- go back to impregnating feeding cycle, making nitric solutions work in closed circuit.

From press -D- vegetal impregnated with the desired dampness goes to a flux regulating tank -G- and then to hopper -H- that feeds the measuring device -J- that feeds the reactor -K- with a heat control -L-, through the exhauster -M- gases are sent to absorption tower -N- through exhauster -O- oxidized material goes out and feeds alkaline digester -S- where once the solid raw material treatment is finished goes to press -U- from which Oliver filter washer -V- provides chemical pulp.

Alkaline waters from digester -S- and press -U- meet at tank -T- and are recycled with pump -X- after proper amount of recycling cycles they go from digester -S- to tank -Y- to recover lignin and corresponding products.

This procedure can be applied to any cellulose vegetal as opposed to other methods that do not work with tropical hardwoods.

This fabrication system has several advantages as stated in analyses compared to other methods. The most important advantage is that, after studying the critical points these have been solved, making profitable the fabrication of chemical pulp and lignin by reaction.

### INVENTION NOVELTY

After describing our invention we consider it a novelty and therefore claim as proprietary the following clauses:

- 1.- Procedure to extract lignin-cellulose materials from cellulose vegetal, presenting jointly or separately the following characteristics:
  - A).- Vegetal impregnation in a nitric solution at a pH between 3 and 4 and temperature between 25 and 35 °C, that must be made until saturation by osmosis, vacuum pressure and blowing with nitric solutions.
  - B).- Controlled pressing of amount of solution required by impregnated vegetal, returning surplus solutions to impregnated circuit.
  - C).- Vegetal with required dampness goes to reactor provided with synchronized measuring device and exhaustor to control reaction time, that must be between 10 and 80 minutes, with a heat control temperature range from 60 to 80 °C, for exothermic reaction. Always at atmospheric pressure, exhausting gases which go to absorption tower allowing recovery of new nitric solutions.

Operations A), B), and C) make acid solutions to circulate in a closed circuit, there are therefore no surplus nor pollutants, and this oxidized raw material goes to alkaline treatment tanks with a pH between 7 and 9.

- D).- Recycling of alkaline solutions (where material has been submerged for the required time) for a better use of alkaline solutions and as much concentration of lignin as possible, pressing the solid mass on exit to recover more alkaline solution with the corresponding products.
  - E).- Treated vegetal solid mass wash, leaving the pulp ready for the use it is meant for.

- F).- Obtaining lignin by precipitation, through the appropriate acid according to its final use, pH between 3 and 5, leaving a small amount of treated waters that make the system non-pollutant.
- G).- Preparing commercial lignin by drying it either through cold or mechanical ways. If heat is used temperature will stay under 45 °C to keep chemical chain, keeping native lignin characteristics.

- 2.- The system to extract lignin cellulose material from cellulose vegetal as a new fabrication way to produce lignin, chemical pulp and products corresponding cellulose vegetal, working in a continuous or intermittent way as follows:

The System is made of a feeding box that feeds the vegetal into the impregnation chamber by gravity, surplus solutions go to the filter that together with solutions extracted by trailing press, meet at a tank and with a pump are returned to impregnation feeding circuit, making the nitric solutions work in a closed circuit.

From the press, the vegetal impregnated with the desired dampness goes to a flux regulating tank and from the tank to a hopper that feeds the measuring device that feeds the reactor with a heat control, through the exhauster gases are sent to absorption towers and also through the exhauster oxidized vegetal goes out; this oxidized vegetal feeds the alkaline digester where the treatment is finished and the solid material goes to the press from which we obtain the chemical pulp with the Oliver filter washer.

Alkaline waters from digester and press meet in the tank where they are recycled with a pump; after proper number of recycling cycles they go from digester to tank to recover lignin and the corresponding products.

In witness whereof I sign in Mexico City on the 20<sup>th</sup> day of August, 1981

(Signed)

Cayo Guillermo Bartolome Moray, Eng.



FIGURE 1